

« 30 » августа 20 24 года

исх. № 160-03



«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор

ООО «Научно-технический центр «Бакор»,

д.т.н. Б.Л. Красный

« 30 » августа 2024 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Кима Константина Александровича
«Синтез и свойства композитов $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiAlON}$ и $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiAlON-TiN}$ »,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких
неметаллических материалов

Актуальность работы

Актуальность данного исследования обусловлена необходимостью разработки материалов, устойчивых к высоким температурам и агрессивным средам, которые могут быть успешно применены в авиационной, энергетической и других отраслях промышленности. Глубокое изучение процессов синтеза и влияния компонентов на свойства композитов $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiAlON}$ и $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiAlON-TiN}$ позволит в целом оптимизировать технологию высокопрочной конструкционной керамики на основе нитрида кремния.

Керамические материалы на основе нитрида кремния и SiAlON (сиалон) являются весьма перспективными благодаря их уникальным свойствам, таким как высокая термическая стабильность, прочность и устойчивость к окислению. Несмотря на высокие свойства, нитрид кремния – это высококовалентное соединение, характеризующееся высокой температурой спекания, что накладывает ряд сложностей в распространении в качестве конструкционного материала. В представленной работе получены керамические материалы при относительно невысокой температуре обжига (1550–1650 °С), обладающих сопоставимыми характеристиками с аналогами, известными в литературе. Получена керамика на основе твердого раствора SiAlON, которая характеризуется более высокими термическими свойствами, по сравнению с нитридом кремния. Особое внимание уделено исследованию электропроводящих керамических композитов с содержанием TiN (нитрида титана).

Таким образом, диссертационная работа на тему «Синтез и свойства композитов Si₃N₄-SiAlON и Si₃N₄-SiAlON-TiN» представляет важный вклад в развитие керамического материаловедения и обладает высокой практической значимостью, открывающей новые перспективы для создания передовых технологий и материалов будущего.

Структура и объем работы. Диссертация содержит 122 страницы машинописного текста и состоит из введения, четырёх глав, выводов, списка литературы и приложений. Список цитируемой литературы включает 167 наименований. Работа состоит из введения, шести глав, выводов, списка литературы, двух приложений.

Введение содержит: обоснование актуальности выбранной темы исследования, сформулированные цель и задачи, степень разработанности темы, научную новизну и

положения, выносимые на защиту. Результаты работ представлены в 4 статьях, рекомендованных ВАК, 5 статьях Web of Science или Scopus и 3 патентах РФ.

Первая глава включает в себя структурированный литературный обзор, который охватывает актуальные научные публикации и сведения о нитриде кремния, и современных методах получения керамики нитрида кремния. Приведены данные о разновидностях соединений сиалон, свойства керамики на их основе и областях применения. Рассмотрены способы получения электропроводящих керамических композитов на основе нитрида кремния с содержанием электропроводящей фазы TiN.

Во второй главе приведены данные об исходных компонентах и описание методов исследования, используемых в работе. Подробно описаны используемое оборудование и методы исследования свойств керамики. Исследование включает в себя изучение микроструктуры, фазового состава, а также оценку механических, термических и электрофизических свойств керамических композитов. В главе содержатся сведения об используемых порошках нитрида кремния, металлического титана и синтезированной спекающей добавки алюминатов кальция эвтектического состава, которые включают фотографии сканирующей электронной микроскопии и рентгенофазовый анализ.

Третья глава посвящена получению и изучению свойств композитов $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Ca-}\alpha\text{-SiAlON}$. В главе представлено подробное описание технологических стадий получения исследуемых образцов и определение зависимостей фазового состава, микроструктуры, механических и термических свойств от соотношения компонентов и температуры обжига. Установлено влияние температуры обжига и содержания спекающей добавки на фазовый состав, определяющий микроструктуру и механические

свойства. Подробно изучены закономерности фазового α - β перехода нитрида кремния, результаты подкрепляются ПЭМ-изображениями высокого разрешения и картинками электронной дифракции, согласующихся с результатами рентгенофазового анализа. Особое внимание уделяется изучению стойкости к окислению керамики на воздухе до 1300 °С и исследованию превращения остаточной аморфной фазы в кристаллическую фазу состава Ca- α -SiAlON методом дополнительной термообработки. Результаты исследований представлены в таблицах и иллюстрированы на качественно оформленных графиках зависимостей, что облегчает восприятие и создаёт хорошее впечатление о работе в целом.

Четвёртая глава посвящена получению и изучению свойств электропроводящих керамических композитов Si_3N_4 -Ca- α -SiAlON-TiN. Автор приводит описание подготовки исходных порошков для получения электропроводящих композитов на основе. В главе представлено описание технологических стадий получения керамики и результаты исследований фазового состава, микроструктуры, механических свойств, теплопроводности и удельного электросопротивления. К особенностям получения электропроводящих композитов следует отнести технологию, основанную на совмещенных процессах спекания и азотирования титана в объеме керамики. Азотирование титана не препятствует образованию соединения Ca- α -SiAlON. Установлено влияние нитрида титана в матрице композита на механические свойства и показано, что увеличение объемной доли нитрида титана с 3,8 до 50,4 об. % в композитах приводит к увеличению микротвёрдости по Виккерсу – от $17 \pm 0,9$ до $29,4 \pm 0,9$ ГПа. Полученные композиты характеризуются низким удельным электросопротивлением, которое составляет 1,79 мОм·см при содержании TiN – 50,4 об. %.

Представленные **выводы** работы полностью соответствуют результатам исследований.

Результаты, полученные в ходе диссертационной работы, удовлетворяют необходимым критериям воспроизводимости, получены с использованием современных физико-химических методов и оборудования и не вызывают сомнений.

По совокупности приведенных в диссертации результатов можно сделать вывод, что поставленная в работе **цель достигнута и все задачи решены**. Автореферат диссертации в полной мере соответствует содержанию работы.

Материалы проведенных исследований изложены в достаточном числе публикаций, входящих в перечень ВАК, и прошли широкую апробацию на научных конференциях различного уровня.

Замечания по работе.

При этом, к представленной Константином Александровичем диссертационной работе возник также нижеприведенный ряд вопросов и замечаний:

1) использованный в работе исходный порошок был произведен в Японии. Автору следует уточнить, рассматривались ли аналоги или альтернативы российского производства?

2) автором был рассмотрен механизм образования кальциевого силалона, однако в работе не приводится расчет термодинамических констант реакции;

3) в работе также показано, что после повторного обжига снижается концентрация стеклофазы, однако не приведен механизм её снижения;

4) в качестве спекающей добавки в работе используется моноалюминат кальция. Автору целесообразно было бы отметить в работе, осуществлялось ли опробование в качестве добавки высоко доступного и широко представленного на рынке высокоглиноземистого цемента;

Следует отметить, что все указанные замечания не затрагивают принципиальные положения и выводы диссертационной работы и не влияют на общую положительную оценку.

Заключение

В заключении следует отметить, что представленная диссертационная работа представляет собой значимый вклад в развитие современного материаловедения, демонстрируя потенциал разработки новых композиционных керамических материалов с улучшенными свойствами. Результаты и выводы работы могут быть полезны для дальнейших исследований в области создания инновационных керамических материалов и их практического применения в промышленности.

Установленные цели и задачи, связанные с разработкой технологических основ синтеза композитов $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Ca-}\alpha\text{-SiAlON}$ и $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Ca-}\alpha\text{-SiAlON-TiN}$, изучением взаимодействия нитрида кремния и эвтектической добавки алюминатов кальция, влиянием температуры обжига на свойства керамики и влияние содержания нитрида титана на теплопроводность и удельное электросопротивление были достигнуты. Оформление работы и её содержание полностью соответствует основным требованиям, предъявляемым к кандидатской диссертации.

Ведущая организация Научно-технический центр «Бакор» считает диссертационную работу Кима Константина Александровича на тему «Синтез и


свойства композитов $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiAlON}$ и $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiAlON-TiN}$ » законченной научно-квалификационной работой, соответствующей требованиям п. 9-14 положения о порядке присуждения ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. №842 (в редакции от 28.08.2017), предъявляемым к кандидатской диссертации. Сам соискатель Ким Константин Александрович заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.14 – «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов».

Отзыв составлен кандидатом технических (05.17.11 – технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов) наук,

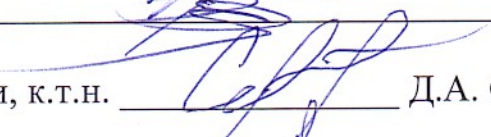
Руководителем Научно-исследовательского Центра Специальной Керамики ООО «Научно-технический центр «Бакор» Иконниковым Константином Игоревичем.

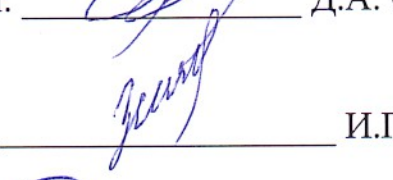
Отзыв рассмотрен и утвержден на заседании Научно Технического Совета ООО «Научно-технический центр «Бакор»

протокол № МНТС-8 от «15» августа 2024 г.

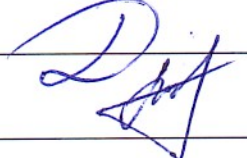
Руководитель НИЦ Специальной Керамики, к.т.н.  К.И. Иконников

Ученый секретарь, к.ф.-м.н.  Д.Д. Бернт

Начальник лаборатории пыле-газоочистки, к.т.н.  Д.А. Серебрянский

Заместитель руководителя НИЦ по научно-исследовательской работе, к.т.н.  И.Г. Зимбовский

Заместитель руководителя НИЦ  А.Л. Галганова

Старший научный сотрудник, к.т.н.  Б.Т. Пунцукова